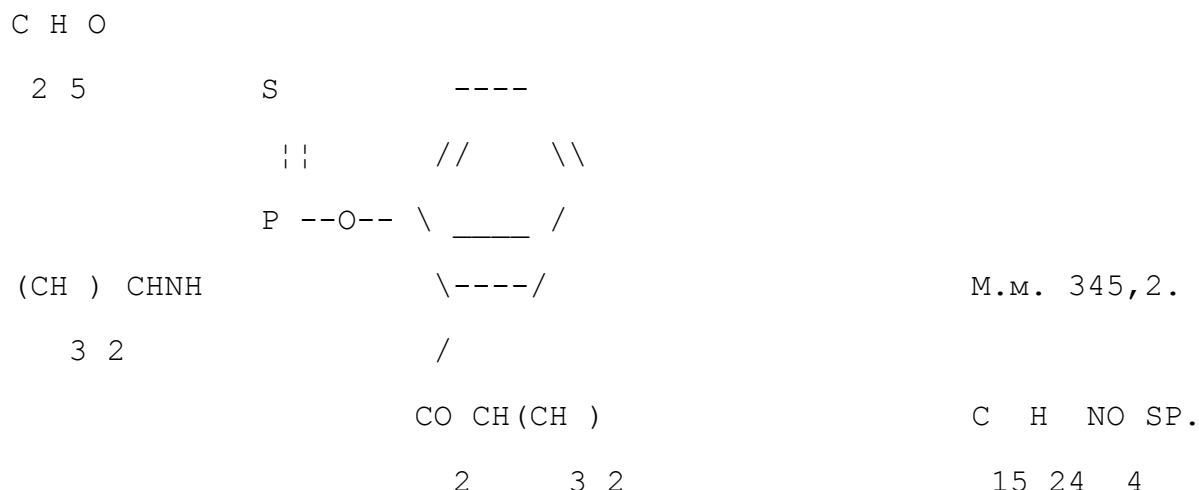


## ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОФТАНОЛА-Т (ПО ИЗОФЕНФОСУ) В ВОДЕ, ПОЧВЕ, ЗЕРНЕ И СЕМЕНАХ САХАРНОЙ СВЕКЛЫ

Настоящие Методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава РФ, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза РФ и лабораторий других ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов, регуляторов роста растений и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госхимкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками.

Офтанол-Т - смесевой препарат: изофенфос с добавкой 10% ТМТД.



Изофенфос (амаз, офтанол) - бесцветное масло, не перегоняющееся в вакууме без разложения. Растворимость в воде 23,8 г/л, в циклогексане, метилхлориде - 60%. В щелочной среде гидролизуетя.

ЛД для крыс 28 - 38,7 мг/кг, МДУ в зерне в настоящее время

еще не установлены.

## 2. Методика определения офтанола-Г в зерне и семенах сахарной свеклы

### 2.1. Основные положения

#### 2.1.1. Принцип метода

Методика определения офтанола-Г основана на определении изофенфоса, являющегося основным и более токсичным компонентом препарата. Определение ТМТД проводится в соответствии с Методическими указаниями, утвержденными за N 4334-87.

Определение изофенфоса основано на извлечении его из зерна ацетоном и последующем определении методом газожидкостной (ГЖХ) хроматографии с термоионным детектором (ТИД).

2.1.2. Метрологическая характеристика метода приведена в таблице 1.

Таблица 1

Исследуемый объект	Стандартное значение	Предел обнаружения, мг/кг, мг/л	Среднее значение, %
Вода	0,0004	83	9,3
Почва	0,002	77	11,5
Зерно, семена	0,004	79	12,7
сах. свеклы			

-----+-----+-----+-----+-----  
-----

### 2.1.3. Избирательность метода

Определению не мешают ГМТД и фосфорорганические пестициды, применяемые на зерновых (хлорофос, ДДВФ, релдан, метилнитрофос и др.). Относительное время удерживания по метафосу 2,5.

## 2.2. Реактивы, растворы и материалы

Изофенфос хч.

Ацетон хч, ГОСТ 2603-79.

Хлороформ чда, ГОСТ 20015-74.

Натрия хлорид чда, ГОСТ 4233-77.

Натрия сульфат безводный чда, ГОСТ 4166-76.

Стандартная фаза 5% SE-30 на хроматоне N-AW-DMCS.

Азот в баллоне, ГОСТ 9293-74.

Водород в баллоне.

Воздух из баллона или нагнетаемый компрессором.

Фильтры беззольные "красная лента".

Основной стандартный раствор изофенфоса (N 1), содержащий 100 мкг/мл.

Готовят растворением 10 мг изофенфоса в ацетоне в мерной колбе емкостью 100 мл.

Рабочие стандартные растворы изофенфоса (N 2, 3, 4), содержащие соответственно 10; 1; 0,5 мкг/мл изофенфоса, готовят разведением ацетоном раствора N 1.

## 2.3. Приборы и посуда

Газовый хроматограф с термоионным детектором.

Хроматографическая [колонка](#) стеклянная, длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-76, с набором колб для отгонки емкостью 50, 100 мл.

Баня водяная, ТУ 64-1-2850-76.

Водоструйный вакуумный насос или установка компрессорная, ТУ 64-1-2985-78.

Весы аналитические ВЛА-200 1М, 2 кл., ГОСТ 19491-74.

Аппарат для встряхивания АБУ-60, ТУ 64-1-2451-78.

Мерные колбы емкостью 100, 50 мл, ГОСТ 1770-74.

Пробирки мерные емкостью 10 мл, ГОСТ 1770-74.

Пипетки на 0,1 - 5 мл, ГОСТ 20292-74.

Колбы конические емкостью 250 мл, ГОСТ 25336-82.

Микрошприц емкостью 10 мкл МШ-10, ТУ 2-833-106.

Секундомер.

## **2.4. Отбор проб**

2.4.1. Отбор, хранение и доставка проб производятся в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными заместителем Главного государственного санитарного врача СССР, N 2051-79 от 21.08.79.

## **2.5. Основные определения**

### **2.5.1. Экстракция**

Зерно, почва. К 25 мл зерна, семян сахарной свеклы (50 г почвы) прибавить 40 (80 мл) ацетона и экстрагировать в течение 30 минут на аппарате для встряхивания. Экстракт слить, фильтруя через фильтр ("красная лента") с насыпанным на фильтр безводным сульфатом натрия (7 - 10 г). Повторить экстракцию. Экстракты объединить и сконцентрировать до ~ 1 мл под вакуумом на ротационном испарителе при температуре бани не более 45 °С. Перенести остаток пробы в мерную пробирку, довести ацетоном точно до 1 - 2 мл и анализировать ГЖХ.

Вода. 200 мл анализируемой пробы поместить в делительную воронку, подкислить 0,1 н раствором HCl до pH 5, хорошо перемешать, добавить 10 мл 10-процентного раствора хлористого натрия и экстрагировать из водной фазы хлороформ 3 x 50 мл. Хлороформные экстракты объединить, просушить безводным сульфатом натрия и отогнать растворитель до ~ 1 мл под вакуумом досуха при комнатной температуре. Сухой остаток растворить в 2 мл ацетона и анализировать ГЖХ.

Анализ методом ГЖХ

Детектор термоионный.

Длина колонки 1 м, внутренний диаметр 3 мм.

Неподвижная фаза - 5% SE-30 на хроматоне N-AW-DMCS.

Температура колонки 190 °С.

Температура испарителя 260 °С.

Газ-носитель - азот.

Скорость газа-носителя 22 мл/мин.

Скорость потока водорода 14 - 17 мл/мин.

Скорость потока воздуха 400 мл/мин.

-10

Рабочая шкала электрометра 2 x 10 А.

Скорость диаграммной ленты 240 мм/час.

Объем вводимой пробы 3 - 5 мкл.

Время удерживания изофенфоса 4,8 мин.

Линейный диапазон определения 0,2 - 2,5 нг.

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте хроматографического пика. Содержание пестицида в пробе (по изофенфосу) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C_{\text{ст}} \times V_{\text{ст}} \times H_{\text{пр}} \times V_{\text{пр}}}{H_{\text{ст}} \times V_{\text{а}} \times P} \text{ мг/кг,}$$

где :

$C_{\text{ст}}$  - концентрация пестицида в стандартном растворе, вводимом

в хроматограф, мкг/мл;

$V_{\text{ст}}$  - объем стандартного раствора, введенного в хроматограф,

мкл;

$H_{\text{ст}}$  - высота пика стандартного раствора, введенного в

ст

хроматограф, мм;

$H$  – высота пика исследуемого раствора, мм;

пр

$V$  – объем экстракта, введенного в хроматограф, мкл;

а

$V$  – конечный объем анализируемого экстракта, мл;

пр

$P$  – масса образца, взятого для анализа, г, мл.

### **3. Требования безопасности**

Соблюдать все необходимые требования для работы в химических лабораториях с органическими растворителями и токсическими веществами.